

532671

Rec'd PCT 26 APR 2005

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

10/532671

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004 年 5 月 21 日 (21.05.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/041925 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C08L 1/00, G02F 1/13363, G02B 5/30
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/014157
- (22) 国際出願日: 2003 年 11 月 6 日 (06.11.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2002-325656 2002 年 11 月 8 日 (08.11.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日本化薬株式会社 (NIPPON KAYAKU KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒102-8172 東京都千代田区富士見一丁目 1 番 2 号 Tokyo (JP). 株式会社ポラテクノ (POLAT-ECHNO CO., LTD.) [JP/JP]; 〒944-0101 新潟県新潟県 城郡板倉町大字稲増字下川原 1 9 2 番地 6 Niigata (JP).
- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 藤澤 秀好 (FUJISAWA, Hideyoshi) [JP/JP]; 〒330-0835 埼玉県さいたま市大宮区北袋町 2-3 3 6-2 0 9 Saitama (JP). 田中 興一 (TANAKA, Kouichi) [JP/JP]; 〒115-0042 東京都北区志茂 3-1 7-1-1 0 1 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 佐伯 憲生 (SAEKI, Norio); 〒103-0027 東京都中央区日本橋三丁目 1 5 番 2 号 高愛ビル 9 階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): CA, CN, KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: LIQUID CRYSTAL COMPOUND COMPOSITION AND RETARDATION FILM USING SAME

(54) 発明の名称: 液晶性配合組成物およびこれを用いた位相差フィルム

(57) Abstract: A liquid crystal compound composition containing one or more cellulose derivatives and one or more liquid crystal compounds (preferably low-molecular liquid crystal compound) orientable in a specific direction different from the direction in which the cellulose derivatives are oriented. The weight mixing ratio between them is preferably 1:9 to 9:1. A retardation film produced by using the composition, a circular or elliptic polarizing film using the retardation film, and an image display provided with the circular or elliptic polarizing film are also disclosed. The liquid crystal compound composition can be readily oriented in a specific direction on a substrate subjected to rubbing, and the retardation film having a wavelength dispersion characteristic capable of imparting a phase difference to similar degrees to wavelengths in a wide visible range by fixing the orientation of the liquid crystal compound composition.

(57) 要約: 本発明は少なくとも 1 種類以上のセルロース誘導体と、少なくとも 1 種類以上の、前記セルロース誘導体とは別の特定方向に配向可能な液晶性化合物 (好ましくは低分子液晶化合物) を含有し、好ましくは両者の重量混合比が 1 : 9 ~ 9 : 1 の範囲である液晶性配合組成物、該組成物を用いて作成された位相差フィルム、該位相差フィルムを用いた円若しくは楕円偏光フィルム、該円若しくは楕円偏光フィルムを備えてなる画像表示装置に関するもので、本発明の液晶性配合組成物は、ラビング処理された基板上で特定方向へ容易に配向させることができ、該配向を固定化することにより、可視領域の広い範囲で各波長に同程度の位相差を付与できる波長分散特性を有する位相差フィルムを容易に得ることができる。

BEST AVAILABLE COPY

WO 2004/041925 A1

明 細 書

液晶性配合組成物およびこれを用いた位相差フィルム

技術分野

本発明は、液晶表示装置等の画像表示装置に有用な位相差フィルムを調製するための液晶性組成物及びそれから得られる位相差フィルムに関する。

背景技術

従来、位相差フィルムはポリカーボネート、ポリアリレート、ポリエーテルサルホン等のプラスチックフィルムを一軸延伸することにより得られ、直線偏光の偏光軸を変えたり（旋光）、直線偏光を円偏光や楕円偏光に変換する機能を有するフィルムである。この位相差フィルムには、通常、位相差が波長によって異なるいわゆる波長分散特性があり、用いる材質によって波長分散特性が異なっている。一般に用いられている位相差フィルムは、550 nmよりも長波長側の位相差値が550 nmにおける位相差値より小さく、550 nmよりも短波長側の位相差値が550 nmにおける位相差値よりも大きい。また短波長側ほどその傾向は顕著である。

このことは、例えば、その位相差が波長の $1/4$ になるような位相差フィルム（いわゆる $1/4$ 波長板）を用いて反射防止フィルターを作製した場合、反射防止効果が十分に得られるのは、位相差が略 $1/4$ となるような波長領域のみで、それ以外の波長では円偏光が楕円偏光となってしまう、結果として十分な反射防止効果が得られないという問題を生じてしまう。また、その位相差が波長の $1/2$ になるような位相差フィルム（いわゆる $1/2$ 波長板）を用いて液晶プロジェクター等に用いられる旋光子を作製した場合、直線偏光を直線偏光として回転できるのは位相差が略 $1/2$ となるような波長領域のみで、それ以外の波長では直線偏光が楕円偏光となってしまう、十分な旋光効果が得られなくなってしまう。

このような問題に対して、例えば特開平5-100114号公報に記載され

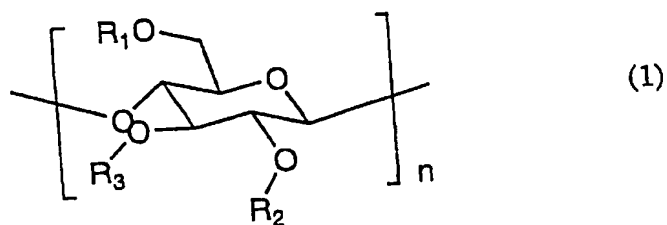
ているように、複数の延伸フィルムをそれらの光軸を交差させて積層する方法が提案されているが、該方法では複数の延伸フィルムを用いることによる厚みの増加、さらには光軸を交差させて複数枚積層するという製造工程上の煩雑さと歩留まりの低下（光軸を交差させるために、位相差フィルムをカットしなければならない）を引き起こすという問題があった。これに対して、特開 2 0 0 0 - 1 3 7 1 1 6 号公報に記載されているように、フィルム 1 枚で可視領域の広い範囲で各波長に同程度の位相差を付与できる位相差フィルムが提案されている。

しかしながら、波長分散特性は位相差フィルムに用いられる材料によって決まってしまうため、特開 2 0 0 0 - 1 3 7 1 1 6 号公報のように 1 枚で波長分散特性を改善できる材料は限られていた。また、このような材料はフィルム化され、さらには一軸延伸しなければ位相差フィルムとして機能しないため、フィルム化と延伸という煩雑な工程を経なければならなかった。さらに円偏光フィルムのように、偏光フィルムの偏光軸と該位相差フィルムの遅相軸を特定の角度にして積層しなければならない場合には、1 枚のフィルムであっても、一方をカットして他方と積層しなければならず、結果として歩留まりの低下を引き起こしてしまう。このような問題を解決するために、特開 2 0 0 0 - 9 8 1 3 3 号公報には、ラビング処理された基板上での配向が可能な特定の低分子液晶性化合物の混合物に特定な非イオン性フルオロアルキル-アルコシレート界面活性剤混合物を添加して得られる組成物を用いて、該液晶性化合物を特定の方向に配向させて位相差フィルムを得る方法が開示されている。しかしながら該方法で、充分満足すべき、可視領域の広い範囲で各波長に同程度の位相差を付与できるような波長分散特性を有するフィルムを得ることは難しい。WO 0 2 / 0 9 3 2 1 3 号（PCT/JP 0 2 / 0 4 5 2 3 号）公報ではそのような波長分散特性を有する位相差フィルムを、液晶性セルロース誘導体と非液晶性の反応性化合物から得られたフィルムを特定方向にラビングまたは延伸することにより得ている。しかしながら、該公報に具体的に開示されている液晶性組成物から得られたフィルムを、ラビング処理された基板上で特定方向に配向させた場合には、満足すべき配向が得られないという問題があった。

発明の開示

本発明者らは前記の課題を解決すべく鋭意検討した結果、液晶性セルロース誘導体に、低分子量の液晶性化合物を配合したとき、上記問題点が解消されることを見いだし、本発明を完成した。即ち、本発明の液晶性配合組成物の層をラビング処理された基板上に形成させ、前記液晶化合物を特定方向へ配向させたのち、該配向を固定化することにより、満足すべき上記波長分散特性を有する位相差フィルムを容易に得ることができる。また、本発明者らは、本発明の液晶性配合組成物を用いた場合、該位相差フィルムの作製条件を制御することにより、該波長分散特性をかなり制御できることを見出した。即ち、本発明は、

1. 少なくとも1種類以上のセルロース誘導体と、少なくとも1種類以上の、前記セルロース誘導体とは別の特定方向に配向可能な液晶性化合物とを含有する液晶性配合組成物、
2. 少なくとも1種類以上のセルロース誘導体と、少なくとも1種類以上の、前記セルロース誘導体とは別の特定方向に配向可能な液晶性化合物の重量混合比が1 : 9 ~ 9 : 1の範囲である上記第1項に記載の液晶性配合組成物、
3. セルロース誘導体が下記の構造



(式(1)中、 R_1 、 R_2 および R_3 は水素原子又は置換基であり、 R_1 、 R_2 および R_3 は同じであっても異なってもよい。ただし、 R_1 、 R_2 および R_3 のすべてが水素原子ということはない。また n は10以上の整数である。)

を有するものである上記第2項に記載の液晶性配合組成物、

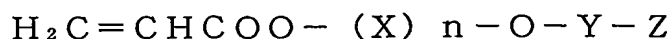
4. 式(1)において、 R_1 、 R_2 及び R_3 の少なくとも1つはアシルオキシア

ルキル基及びカルバモイルオキシアルキル基からなる群から選ばれる基であり、残りは水素原子である上記第 3 項に記載の液晶性配合組成物、

5. 別の特定方向に配向可能な液晶性化合物が分子量 1 0 0 0 以下の低分子液晶化合物である上記第 1 項～第 4 項に記載の液晶性配合組成物、

6. 低分子液晶化合物が（メタ）アクリレート液晶化合物である上記第 5 項に記載の液晶性配合組成物、

7. （メタ）アクリレート液晶化合物が下記式（2）



（式中 X はメチレン基を示し、メチル基またはフェニル基により置換されていてもよい、Y はベンゼン環及びシクロヘキサン環からなる群から選ばれる 2 ～ 4 個の環が単結合若しくは連結基により結合された 2 価の基であり、それぞれの環は独立に 1 ～ 2 個の C 1 ～ C 6 のアルキル基またはフェニル基で置換されていてもよい、Z はシアノ基、炭素数 1 ～ 8 の脂肪族基、炭素数 1 ～ 8 の脂肪族オキシ基または $-\text{O}-(\text{X})_n-\text{OCOCH}=\text{CH}_2$ を示す）

で示されるアクリレート化合物である上記第 6 項に記載の液晶性配合組成物、

8. 上記第 1 項～第 7 項のいずれか一項に記載の配合組成物と有機溶媒とからなり、リオトロピック液晶状態を示すことを特徴とするリオトロピック液晶性配合組成物、

9. 反応性化合物および光重合開始剤を含む上記第 8 項に記載の液晶性配合組成物、

10. 反応性化合物が（メタ）アクリル化合物である上記第 8 項に記載の液晶性配合組成物、

11. 上記第 1 項～第 10 項のいずれか一項に記載の液晶性配合組成物が特定方向に配向している、該組成物から作られた位相差フィルム、

12. 波長 450 nm にて測定した位相差値（Re 450）と波長 550 nm にて測定した位相差値（Re 550）及び波長 650 nm にて測定した位相差値（Re 650）の間に、 $\text{Re 450} \leq \text{Re 550} \leq \text{Re 650}$ の関係が成立する上記第 11 項に記載の位相差フィルム、

13. ラビング処理された基板上に、上記第 1 項～第 10 項のいずれか一項に

記載の液晶性配合組成物の層を形成して配向させた上記第 11 項または第 12 項に記載の位相差フィルム、

14. 液晶性配合組成物の配向が固定化されている上記第 13 項に記載の位相差フィルム、

15. 位相差が $1/4$ 波長、又は $1/2$ 波長である上記第 11 項に記載の位相差フィルム、

16. 上記第 11 項～第 15 項のいずれか一項に記載の位相差フィルムと偏光フィルムを積層した円若しくは楕円偏光フィルム又は旋光フィルム、

17. 上記第 11 項～第 15 項のいずれか一項に記載の位相差フィルム又は上記第 16 項に記載の円若しくは楕円偏光フィルムを備えてなる画像表示装置、

18. 上記第 1 項～第 10 項のいずれか一項に記載の液晶性配合組成物で、ラビング処理された基板上に層を形成した後、加熱処理することを特徴とする上記第 13 項に記載の位相差フィルムの製造方法、

19. $40^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ において加熱処理することにより、波長 450 nm にて測定した位相差値 ($\text{Re } 450$) と波長 550 nm にて測定した位相差値 ($\text{Re } 550$) 及び波長 650 nm にて測定した位相差値 ($\text{Re } 650$) の間に、 $\text{Re } 450 \leq \text{Re } 550 \leq \text{Re } 650$ の関係が成立する上記第 18 項に記載の位相差フィルムの製造方法、
に関する。

図面の簡単な説明

図 1 は実施例 1～5 及び比較例の位相差フィルムの波長分散特性を示すグラフである。

図 2 は実施例 6～7 の位相差フィルムの波長分散特性を示すグラフである。

図 3 は実施例 8～9 の位相差フィルムの波長分散特性を示すグラフである。

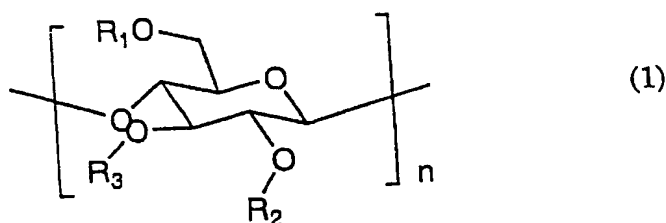
発明を実施するための最良の形態

本発明を詳細に説明する。

本発明の位相差フィルムは、セルロース誘導体と該セルロース誘導体とは別

の特定方向に配向可能な液晶性化合物とを含有する液晶性配合組成物を特定の方
 向に配向させることにより得られる。本発明でセルロース誘導体といった場
 合、セルロースそのものも含む意味で使用する。セルロース誘導体は液晶性を
 示すことが多く、本発明で使用するセルロース誘導体は液晶性を示すものが好
 ましい。セルロース誘導体がサーモトロピック液晶又はリオトロピック液晶の
 いずれの場合も本発明の液晶性配合組成物に用いることが出来る。

本発明において使用しうるセルロース誘導体としては、下記式（１）

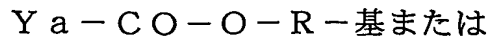


（式（１）中、 R_1 、 R_2 および R_3 は水素原子又は置換基であり、 R_1 、 R_2 およ
 び R_3 は同じであっても異なってもよい。ただし、 R_1 、 R_2 および R_3 のす
 べてが水素原子ということはない。また n は 10 以上の整数である。）

で示されるセルロース誘導体が挙げられる。式（１）において、 R_1 、 R_2 およ
 び R_3 が異なる置換基の場合、それぞれの置換基の置換割合は任意の割合で
 良い。また、 n は 10 以上の整数であり、より好ましくは 50 以上、さらに好
 ましくは 100 以上であるのが良い。 n の上限は特にないが通常は平均値（平
 均重合度）で 3000 以下である。

式（１）において、 R_1 、 R_2 または R_3 の具体例としてはメチル基、エチル
 基、プロピル基のようなアルキル基、好ましくは $C_1 \sim C_5$ アルキル基、アセ
 チル基、プロピオニル基のようなアシル基、好ましくは $C_1 \sim C_3$ アシル基、
 硝酸エステル基、ヒドロキシプロピル基、ヒドロキシエチル基のようなヒドロ
 キシアルキル基、好ましくはヒドロキシ（ $C_1 \sim C_5$ ）アルキル基、更にはこ
 のヒドロキシアルキル基をアシル化又はカルバモイル化したもの、またはエポ

キシ基で置換されたC 1～C 3アルキル基でエーテル化したもの等が挙げられる。これらのうちで、好ましいものはセルロースをヒドロキシアルキル化した後、カルバモイル化又はアシル化したものである。具体的には、R₁、R₂またはR₃が下記式で示されるものである。



式中Rは炭素数1～5の2価の連結基（場合により不飽和結合を含んでもよい）、Y aは不飽和結合を含んでもよい（C 1～C 10）脂肪族基または（C 6～C 14）芳香族基を示し、該脂肪族基または該芳香族基は置換基を有してもよい。Z aは不飽和結合を含んでもよい置換若しくは非置換（C 1～C 10）脂肪族基を示す。脂肪族基の置換基としてはハロゲン原子、置換または非置換アミノ基、（C 1～C 10）アミド基、炭素数1～10のウレタン基、ヒドロキシ基、（C 1～C 14）アシルオキシ基、（C 1～C 10）アルコキシ基、エポキシ基または置換または非置換の（C 6～C 14）芳香族基等が挙げられ、同じ若しくは異なる置換基で複数置換されていていてもよい。また該芳香族基上の置換基としては（C 1～C 6）アルキル基、ヒドロキシ基、（C 1～C 6）アルコキシ基、置換若しくは非置換アミノ基または（C 6～C 14）芳香族基等が挙げられる。また、アミノ基上の置換基としてはC 1～C 6アルキル等が挙げられる。

ここでRの具体例としては、メチレン基、エチレン基、トリメチレン基、テトラメチレン基等のC 1～C 4のポリメチレン基、ビニレン基またはプロピレン等のC 2～C 4のアルケニレンが挙げられる。

Y aの具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ネオペンチル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ベンジル基、1-ナフチルメチル基、トリフルオロメチル基、アミノメチル基、2-アミノ-エチル基、3-アミノ-n-プロピル基、4-アミノ-n-ブチル基、若しくはそれらのアミノ基がさらにアミドやウレタンに変換された置換基、ヒドロキシ置換（C1～C4）アルキル基若しくはそのヒドロキシ基が更に（C1

～C14) アシル基若しくは (C1～C10) アルキル基で置換された基、(C1～C3) アルキル基で置換されていてもよいビニル基、シアノビフェニルオキシ (C3～C10) アルキル基、アセチレン基及びシンナモイル基等の、不飽和結合を有してもよい (C1～C10) 脂肪族基、フェニル基、ナフチル基、アントラセニル基、フルオレニル基、ビフェニル基、4-トリフルオロメチルフェニル基等の置換基を有してもよい芳香族基が挙げられる。

Zaとしては、ビニル基、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ネオペンチル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ベンジル基、1-ナフチルメチル基、トリフルオロメチル基等がそれぞれ挙げられる。

なお本発明において脂肪族基といった場合、飽和、不飽和、分岐状、直鎖状、環状いずれでもよい。最も代表的なものとしてはC1～C6アルキル基、またはC3～C6アルケニル基などが挙げられる。

ヒドロキシアルキルセルロースのヒドロキシル基に上記のアシル基またはカルバモイル基を導入したセルロース誘導体の場合、該アシル基または該カルバモイル基の全ヒドロキシル基に対する置換割合 (場合により置換度ということもある) は通常30%～100%、好ましくは40%～90%、より好ましくは50%～90%程度である。

本発明で使用されるセルロース誘導体の分子量は特に制限はないが、通常2500以上、好ましくは5000以上、より好ましくは15000以上であり、更に好ましくは3万以上のものであり、上限は通常100万以下、好ましくは50万以下、より好ましくは30万、更に好ましくは20万以下程度である。

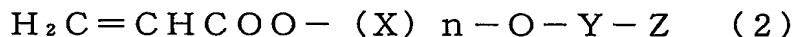
本発明で使用される好ましいセルロース誘導体としてはWO 02/093213号公報に記載されているセルロース誘導体が挙げられる。

これらセルロース誘導体は、目的とする本発明の液晶性配合組成物の液晶性を示す温度範囲や、複屈折性、波長分散特性、粘度、配向のし易さ、加工性、反応性等に応じて適宜1種又は複数の置換基選択される。又、セルロースの水酸基の置換度合いについても、目的とする本発明の液晶性配合組成物の液晶性

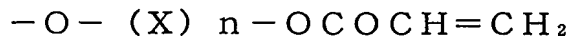
を示す温度範囲や、複屈折性、波長分散特性、粘度、配向のし易さ、加工性、反応性等に応じて適宜選択される。

本発明の液晶性配合組成物は、該セルロース誘導体と特定方向に配向可能な液晶性化合物との相互作用により、前記の特異な性質を持つことを特徴とする。該液晶性化合物としては、ラビングフィルム上でラビング方向に容易に配向するものであれば特に制限はないが、通常分子量 1000 以下程度の低分子量のものが好ましい。該液晶性化合物はサーモトロピック液晶またはリオトロピック液晶いずれでもよい。該液晶性化合物の好ましいものとしてはサーモトロピック液晶性を有し、かつネマチック相を呈するものが挙げられる。また、セルロース誘導体との相溶性の高いものが好ましい。以下該液晶性化合物を場合により単に低分子液晶化合物ともいう。

低分子液晶化合物としては具体的には(メタ)アクリレート液晶化合物(液晶性を示すアクリレート化合物または／およびメタクリレート化合物)を挙げることができる。該(メタ)アクリレート液晶化合物としては下記式(2)



(式中Xはメチレン基を示し、メチル基またはフェニル基により置換されていてもよい、Yはベンゼン環及びシクロヘキサン環からなる群から選ばれる2～4個の環が単結合若しくは連結基により結合された2価の基であり、それぞれの環は独立に1～2個の置換基を有してもよいC1～C6のアルキル基または置換基を有してもよいフェニル基で置換されていてもよい、Zはシアノ基、炭素数1～8の脂肪族基、炭素数1～8の脂肪族オキシ基または



を示す)

で示されるアクリレート化合物等を挙げることができる。連結基としては上記化合物が液晶性示すかぎり、特に制限はないが、 $-\text{COO}-$ で示される基が好ましい。Yで示される基の代表的なものを挙げれば、 $-\text{ph}-\text{ph}-$ 、 $-\text{ph}-\text{COO}-\text{ph}-$ 、 $-\text{ph}-\text{COO}-\text{ph}-\text{ph}-$ 、 $-\text{ph}-\text{COO}-\text{ph}-\text{COO}-\text{ph}-$ 、 $-\text{cyh}-\text{cyh}-$ 、 $-\text{ph}-\text{cyh}-$ 、 $-\text{cyh}-\text{COO}-\text{cyh}-$ 、 $-\text{cyh}-\text{COO}-\text{cyh}-\text{cyh}-$ 、 $-\text{cyh}-\text{COO}-\text{cy}$

h-COO-cy h-, 等が挙げられる。なお式中-p h-は置換基を有してもよいフェニレン基を示し、また、-cy h-は置換基を有してもよいシクロヘキシレン基を示す。フェニレン基上の置換基としては前記芳香族基上の置換基と同じものが挙げられ、例えばC1～C4低級アルキル、フェニルなどである。シクロヘキシレン基上の置換基としては先の脂肪族基上の置換基としてあげたものが挙げられる。

該(メタ)アクリレート液晶化合物の具体例としては、例えば4-(4'-シアノ-4-ビフェニルイルオキシ)-ブチルアクリレートや、特開2000-98133号公報またはWO97/44703号公報等に記載のアクリロイル基を有する液晶性化合物及びそれらの混合物、LPP F 301 CP (商品名、バンティコ社製、アクリレート系低分子液晶)等のアクリレート系低分子液晶が挙げられる。

またその他の低分子液晶化合物としては、TL-202 (商品名、メルク社製、低分子液晶の混合物)、K-15 (商品名、メルク社製、4-シアノ-4'-ペンチルビフェニル)等が挙げられる。

本発明においては紫外線照射による液晶層の固定化が容易であるという理由からアクリレート系低分子液晶化合物を使用するのが好ましい。

本発明の配合組成物が液晶性を示す範囲は、配合するセルロース誘導体の種類及びセルロース誘導体とは異なる液晶性化合物の種類によって異なるが、セルロース誘導体と該液晶性化合物との重量混合比が1:9～9:1、より好ましくは15:85～70:30、更に好ましくは20:80～50:50である。

上記割合の組成物で、適当な条件下でラビングした基板上に層を形成し、必要に応じて加熱等の配向処理をすることによって、層中の液晶性配合組成物をラビング方向に配向させることができる。また、必要に応じて該配向状態を固定化した後、該基板上から剥離して得られる本発明の位相差フィルムは、上記の組成割合および配向条件等を適当に選択することにより、下記式

$$Re\ 450 \leq Re\ 550 \leq Re\ 650$$

(式中、Re 450は本発明の位相差フィルムを波長450 nmにて測定した

位相差値、 R_{e550} は同フィルムを波長550nmにて測定した位相差値、 R_{e650} は同フィルムを波長650nmにて測定した位相差値を示す。)の関係を満たし、可視領域の広い範囲で各波長に同程度の位相差を付与できる。上記関係式を満たす本発明の位相差フィルムを得るのに最も好ましい組成割合(重量割合)は、セルロース誘導体：該液晶性化合物＝20：80～50：50である。

本発明の液晶性配合組成物には、組成物の液晶性を損なわない範囲で、セルロース誘導体及び低分子液晶性化合物以外の配合成分を加えても良い。これらの配合成分は液晶性配合組成物の液晶性や配向性、加工性、成分の相溶性を調節したり、液晶性配合組成物を特定の方向に配向させた後に、該配向を固定化する目的で加えられる。

本発明においては配向状態を固定化する目的で、本発明の液晶性配合組成物に配合成分として反応性化合物を含有せしめることが出来る。該反応性化合物を使用しなくても配向が固定されているか、若しくは固定化できるときは該反応性化合物を配合する必要はないが、通常配向の固定化には該反応性化合物を配合するのが好ましい。該反応性化合物は架橋若しくは重合等により液晶の配向状態を固定化できるものであれば特に制限はない。通常非液晶性の液状の反応性化合物が使用される。非液晶性の液状反応性化合物としては、(メタ)アクリレート化合物およびグリシジル基またはイソシアネート基等の反応性基を有する化合物を挙げることができる。反応性化合物の配合量は液晶性化合物が(メタ)アクリレート化合物のときは使用しなくても良く、通常液晶組成物100部に対して、0～200部、好ましくは0～100部、更に好ましくは0～50部程度である。

配向を固定化する場合、通常、重合時の温度変化が比較的少ない紫外線照射による光重合による固定化が好ましい。そのような光重合を行う際には反応性化合物として(メタ)アクリレート化合物を用いることが好ましい。

上記の(メタ)アクリレート化合物としては例えば、炭素数1～30で、ヒドロキシ基が2～10の多価アルコールと(メタ)アクリル酸との反応生成物である(メタ)アクリル酸エステルや、炭素数1～30で、ヒドロキシ基が2

～10の多価アルコールのグリシジルエーテルと(メタ)アクリル酸との反応生成物である(メタ)アクリレート化合物、これらの(メタ)アクリレート化合物のヒドロキシ基残基をジイソシアネートで架橋して得られるウレタン(メタ)アクリレート化合物、好ましくは上記の(メタ)アクリレート化合物のヒドロキシ基残基と炭素数3～15、より好ましくは5～10の炭化水素ジイソシアネートとの反応性生物からなるウレタン(メタ)アクリレート化合物、イソシアヌル環を有する(メタ)アクリレート化合物、好ましくはヒドロキシ(C1～C5)アルキルイソシアヌレートまたはそのカプロラクトン変性体と(メタ)アクリル酸とのエステル等が挙げられる。

該(メタ)アクリレート化合物を具体的に挙げれば、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジトリメチロールプロパントテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレートと1,6-ヘキサメチレンジイソシアネートとの反応生成物、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレートとイソホロンジイソシアネートとの反応生成物、トリス(アクリロキシエチル)イソシアヌレート、トリス(メタアクリロキシエチル)イソシアヌレート、グリセロールトリグリシジルエーテルと(メタ)アクリル酸との反応生成物、カプロラクトン変性トリス(アクリロキシエチル)イソシアヌレート、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテルと(メタ)アクリル酸との反応生成物、トリグリセロールジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジグリシジルエーテルと(メタ)アクリル酸との反応生成物、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、テトラエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールジ(メタ)アクリレート、1,6-ヘキサンジオールジグリシジルエーテルと(メタ)アクリル酸との反応生成物、1,6-ヘキサンジオールジ(メタ)アクリレート、グリセロールジ(メタ)アクリレート、エチレングリコー

ルジグリシジルエーテルと（メタ）アクリル酸との反応生成物、ジエチレングリコールジグリシジルエーテルと（メタ）アクリル酸との反応生成物、ビス（アクリロキシエチル）ヒドロキシエチルイソシアヌレート、ビス（メタアクリロキシエチル）ヒドロキシエチルイソシアヌレート、ビスフェノールAジグリシジルエーテルと（メタ）アクリル酸との反応性生物、テトラヒドロフルフリル（メタ）アクリレート、カプロラクトン変性テトラヒドロフルフリル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコール（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、フェノキシヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、アクリロイルモルホリン、メトキシポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、メトキシテトラエチレングリコール（メタ）アクリレート、メトキシトリエチレングリコール（メタ）アクリレート、メトキシエチレングリコール（メタ）アクリレート、メトキシエチル（メタ）アクリレート、グリシジル（メタ）アクリレート、グリセロール（メタ）アクリレート、エチルカルビトール（メタ）アクリレート、2-エトキシエチル（メタ）アクリレート、N, N-ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、2-シアノエチル（メタ）アクリレート、ブチルグリシジルエーテルと（メタ）アクリル酸との反応生成物、ブトキシトリエチレングリコール（メタ）アクリレート、ブタンジオールモノ（メタ）アクリレート等が挙げられる。これらの化合物は単独で用いても良いし、複数を混合して用いても良い。このような反応性化合物を用い、適切な条件下で重合させることにより、所望の配向状態を固定化することができる。

本発明の液晶性配合組成物は、塗布等を行えるように粘度を調整する等の目的で、適当な有機溶媒を含んでもよい。上記の反応性化合物が溶媒の作用をも兼ねるときは溶媒を使用しなくてもよいが、そうでないとき、または該上記の反応性化合物を用いないときには溶媒を使用するのが好ましい。溶媒としては、配合により配合組成物の液晶性を損なわない範囲で用いることが好ましい。溶媒としては例えばヘキサン、ヘプタン、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、シクロペンタノン、トリエチルアミン、2-ブタノン、メ

タノール、エタノール、イソプロパノール等の脂肪族炭化水素や脂肪族ケトン、脂肪族アミン、脂肪族アルコール、さらにはベンゼン、トルエン、キシレン、アニソール、ベンジルアルコール、ベンジルアミン等の芳香族炭化水素や芳香族アミン、芳香族アルコール、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸メチル等の酢酸エステル類等が挙げられる。これらの化合物は1種類のみ配合しても良いし、複数成分を配合しても良い。好ましい溶媒としてはケトン系溶媒が好ましく、炭素数3～7程度の脂肪族ケトンが好ましい。通常溶媒添加後の組成物に中における固形分濃度は3～90%程度、好ましくは5～70%、より好ましくは5～60%程度、更に好ましくは5～50%程度である。本発明において、反応性化合物や有機溶剤を加えた場合においても液晶性を維持した状態（リोटロピック液晶状態という）の組成物はリोटロピック液晶性配合組成物という。

このように得られた配合組成物は、例えば、ラビングした基板上に塗布し、必要に応じて加熱等により溶媒を除去し、該配合組成物の層を形成し、液晶をラビング方向に配向し、かつ、そのまま固定化することにより本発明の位相差フィルムを得ることができる。

本発明において、セルロース誘導体と該液晶性化合物の合計に対する、非液晶性の反応性化合物、光重合開始剤等のその他の配合成分の割合は、配合組成物が液晶性を損なわない範囲であれば特に制限はない。例えば上記液晶性配合組成物から、蒸散性溶媒を除去した状態において、セルロース誘導体と該液晶性化合物の合計100部に対して、その他の配合成分の割合は1部～100部程度、好ましくは2部～50部程度である。

本発明において重合等により、配向を固定化する場合は、本発明の配合組成物に、重合開始剤を配合しておくのが好ましい。特に紫外線などの放射線により重合する場合は、通常光重合開始剤が使用される。光重合開始剤としては、通常の紫外線硬化型樹脂に使用される化合物を用いることができる。該化合物の具体例としては、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルホリノプロパン-1-オン（チバスペシャリティーケミカルズ製イルガキュアー907）、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン（チバスペシャリティーケミカルズ製イルガキュアー184）、4-(2-ヒドロキシエト

キシ) -フェニル (2-ヒドロキシ-2-プロピル) ケトン (チバスペシャリティ-ケミカルズ製イルガキュアー2959)、1-(4-ドデシルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オン (メルク製ダロキュアー953)、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オン (メルク製ダロキュアー1116)、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン (チバスペシャリティ-ケミカルズ製イルガキュアー1173)、ジエトキシアセトフェノン等のアセトフェノン系化合物、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン (チバスペシャリティ-ケミカルズ製イルガキュアー651) 等のベンゾイン系化合物、ベンゾイル安息香酸、ベンゾイル安息香酸メチル、4-フェニルベンゾフェノン、ヒドロキシベンゾフェノン、4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルサルファイド、3,3'-ジメチル-4-メトキシベンゾフェノン (日本化薬製カヤキュアーMBP) 等のベンゾフェノン系化合物、チオキサソソ、2-クロルチオキサソソ (日本化薬製カヤキュアーCTX)、2-メチルチオキサソソ、2,4-ジメチルチオキサソソ (カヤキュアーRTX)、イソプロピルチオキサソソ、2,4-ジクロオチオキサソソ (日本化薬製カヤキュアーCTX)、2,4-ジエチルチオキサソソ (日本化薬製カヤキュアーDETX)、2,4-ジイソプロピルチオキサソソ (日本化薬製カヤキュアーDITX) 等のチオキサソソ系化合物等が挙げられる。これらの光重合開始剤は1種類でも複数でも任意の割合で混合して使用することができる。好ましいものとしては1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン (チバスペシャリティ-ケミカルズ製イルガキュアー184) 等の(C1~C6)アルキルフェニルケトン (アルキル基上にヒドロキシ基、C1~C4アルコキシ基、モルホリノ基等で置換されていてもよく、またフェニル基上にC1~C15アルキル基、C1~C4アルコキシ基、C1~C4アルキルチオ基等の置換基を有してもよい) が挙げられる。

ベンゾフェノン系化合物やチオキサソソ系化合物を用いる場合には、光重

合反応を促進させるために、助剤を併用することも可能である。そのような助剤としては例えば、トリエタノールアミン、メチルジエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン、*n*-ブチルアミン、*n*-メチルジエタノールアミン、ジエチルアミノエチルメタアクリレート、ミヒラーケトン、4, 4'-ジエチルアミノフェノン、4-ジメチルアミノ安息香酸エチル、4-ジメチルアミノ安息香酸 (*n*-ブトキシ) エチル、4-ジメチルアミノ安息香酸イソアミル等のアミン系化合物が挙げられる。前記光重合開始剤の含有量は、(メタ) アクリレート化合物 (液晶ポリマー中にアクリロイル基がある場合には、これも含む) 100重量部に対して、好ましくは0.5重量部以上10重量部以下、より好ましくは2重量部以上8重量部以下程度がよい。また、助剤は光重合開始剤に対して、0.5倍から2倍量程度がよい。

また、紫外線の照射量は、該液晶性配合組成物の種類、光重合開始剤の種類と添加量、膜厚によって異なるが、100~1000 mJ/cm²程度がよい。また、紫外線照射時の雰囲気は空気中でも窒素などの不活性ガス中でもよいが、膜厚が薄くなると、酸素障害により十分に硬化しないため、そのような場合は不活性ガス中で紫外線を照射して硬化させるのが好ましい。

次に本発明の位相差フィルムの作製について具体的に述べる。

例えば、本発明の液晶性配合組成物もしくは必要に応じて塗布しやすいように溶媒で適当な希釈したりオトロピック液晶性配合組成物を、ラビング処理した基板のラビング処理面上へ塗布するなどして積層し、必要に応じて加熱等により溶剤を除去し、また、必要に応じて加熱等の配向処理を行い、例えばラビング方向と同じ方向に配向させる。完全にラビング方向と実際の該組成物の配向方向とが一致していなくても、目的とする性能が達成しうるものであれば特に支障はない。配向方向はラビング方向を変えることにより、任意の方向に配向させることが可能である。配向処理温度は液晶の配向をラビング方向に配向させることができれば特に制限はない。通常は10℃以上、好ましくは20℃以上、更に好ましくは30℃以上であり、上限は通常150℃以下であり、好ましくは120℃以下、更に好ましくは110℃以下程度である。

次いで該配向状態を、例えば重合、好ましくは紫外線照射による光重合で固

定化し、該基板から剥離することにより本発明の位相差フィルムを得ることができる。このとき、得られる位相差フィルムの位相差値は、配向した該組成物の複屈折と該組成物層の厚さの積によって決まるため、目的とする位相差フィルムの位相差値に応じて適宜調節すればよい。

本発明でラビング処理を行う場合に用いられる基板としては、例えば、トリアセチルセルロースのフィルムや、ガラス板表面に形成したポリイミドやポリビニルアルコール薄膜等が挙げられる。また、本発明においてラビング処理は、金属ロールやプラスチックロールに、ナイロン、レーヨン、コットンなどのベルベット状のいわゆるラビング布を張り付けてラビングロールを作製し、次いでこのラビングロールを回転させながら該基板表面に接触させ、ラビングロールもしくは基板を一方向に動かすことにより該基板表面を処理する方法である。基板が長尺のプラスチックフィルムの場合には、ラビングロールを固定した状態で高速回転させ、基板をラビングロールに接触させながら搬送させることにより、連続的にラビング処理を行うことも可能である。ラビング処理の条件は、用いる基板の種類や本発明の液晶性配合組成物の配合組成、ラビングロールの直径やロールの接触移動回数又は回転数及び回転方向、該基板又はラビングロールの移動速度及び基板へのラビングロールの押し付けの強さなどによって異なるために適宜設定される。

本発明の液晶性配合組成物を用いて作製した位相差フィルムは、波長 450 nm にて測定した位相差値 (R_{e450}) と波長 550 nm にて測定した位相差値 (R_{e550}) 及び波長 650 nm にて測定した位相差値 (R_{e650}) の間に、 $R_{e450} \leq R_{e550} \leq R_{e650}$ で示される波長分散特性を有することが好ましい。この波長分散特性は該組成物を配向させる際の温度や時間により制御できる。

例えば配向処理温度が 40℃ のものと 55℃ のものとでは得られる本発明の位相差フィルムの波長分散特性は下記のように変化する。

例えば、液晶性配合組成物のセルロース誘導体と低分子液晶性化合物との混合割合（重量）が前者が 30 部で後者が 70 部のとき、40℃ にて配向させて得た位相差フィルムの波長 450 nm での位相差値と波長 550 nm での位相差

値との比（位相差比）（ $Re\ 450 / Re\ 550$ ）及び波長 650 nm での位相差値と波長 550 nm での位相差値との比（位相差比）（ $Re\ 650 / Re\ 550$ ）はそれぞれ 0.75 及び 1.06 であり、配向させる温度を 55°C に変えた場合、それらの値はそれぞれ 0.76 （ $Re\ 450 / Re\ 550$ ）及び 1.07 （ $Re\ 650 / Re\ 550$ ）となる。

また、配向処理時間を変えた場合、得られる本発明の位相差フィルムの波長分散特性は下記のように変わる。

例えば、本発明の液晶性配合組成物のセルロース誘導体 20 重量部と低分子液晶性化合物 80 重量部の割合で含む液晶性配合組成のとき、 40°C で、 30 分配向処理させて得た位相差フィルムの波長 450 nm での位相差値と波長 550 nm での位相差値との比（位相差比）（ $Re\ 450 / Re\ 550$ ）及び波長 650 nm での位相差値と波長 550 nm での位相差値との比（位相差比）

（ $Re\ 650 / Re\ 550$ ）はそれぞれ 0.84 及び 1.01 であった。配向させる時間を 22 時間に変えた場合、そのそれぞれの値は 0.69 （ $Re\ 450 / Re\ 550$ ）及び 1.07 （ $Re\ 650 / Re\ 550$ ）であった。

このようにして得られた本発明の位相差フィルムの遅相軸と使用した偏光フィルムの吸収軸とを所定の角度となるように積層することにより、本発明の楕円偏光フィルムを得ることができる。また、本発明の位相差フィルムの 550 nm における位相差値を約 137 nm にし、偏光フィルムの吸収軸と該位相差フィルムの遅相軸とのなす角が 45° になるように積層することにより本発明の円偏光フィルムを得ることができる。さらに、本発明の位相差フィルムの 550 nm における位相差値を約 275 nm にし、偏光フィルムの吸収軸と該位相差フィルムの遅相軸とのなす角が 45° になるように積層することにより本発明の旋光フィルムを得ることができる。こうして得られた本発明の円偏光フィルムを例えば反射型もしくは反射半透過型液晶表示装置に用いることにより、又は、本発明の旋光フィルムを液晶プロジェクターに用いることにより、本発明の画像表示装置を得ることができる。特に円偏光板の波長分散特性が、可視領域の各波長に対して概ね $1/4$ 波長となるような位相差であれば、広い波長範囲で直線偏光を円偏光に変換できるため、通常のポリカーボネートを用いた

円偏光板よりも優れた反射防止効果やコントラスト向上効果を有する画像表示装置を得ることができる。

本発明の偏光旋光フィルムは、位相差フィルムの波長分散特性が、可視領域の各波長に対して概ね $1/2$ 波長となるような位相差であれば、広い波長範囲で直線偏光の偏光軸を楕円偏光にすることなく回転することができるため、例えば液晶プロジェクターに用いることにより、光の利用効率を向上させたり、光の吸収による偏光フィルムの劣化を防いだりすることができる。本発明の位相差フィルムは、ラビング処理によりラビング方向に液晶性配合組成物を配向させることが可能なため、ラビング方向を変えることで該位相差フィルムの遅相軸方向を変えることができる。従って、例えば、ロール状の長尺高分子フィルムを用い、長尺方向から 45° の方向にラビング処理した後、本発明の液晶性配合組成物層を形成し、ラビング方向に配向させることで、遅相軸が長尺方向から 45° 傾いた位相差フィルムを作製することができる。この位相差フィルムと偏光フィルム（通常の一軸延伸により得られる偏光フィルムはロール状であり、長尺方向が吸収軸となっている）とをロールツウロールで積層することにより、上記円偏光フィルムや旋光フィルムが得られる。これは従来のように各々の一軸延伸された偏光フィルムと位相差フィルム的一方をカットして積層する場合と比べて大幅に歩留まりを向上させることができる。

実施例

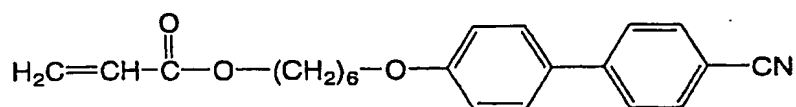
以下実施例と比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。

実施例 1

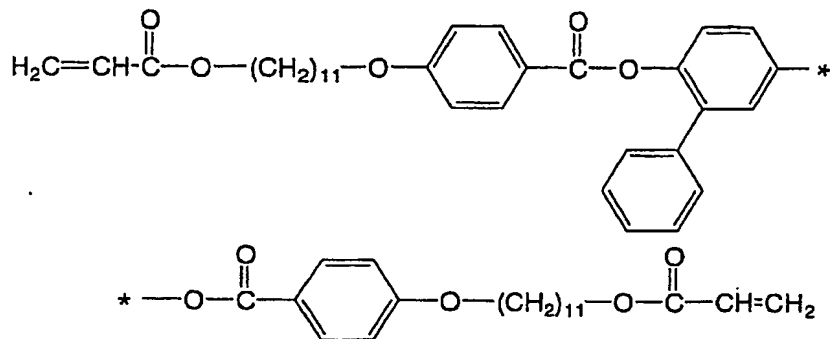
ヒドロキシプロピルセルロース HPC（アルドリッチ社製、分子量 100,000）30.0g を入れた反応容器内にアセトン 900ml を添加し浴温 80°C にて還流溶解した。完全に溶解したのを確認した後、反応液の温度を室温まで下げて、トリエチルアミンを 76.1ml、次いで塩化ピバロイル 62.2ml を添加した。5 分間室温で攪拌した後、浴温 75°C にて 4 時間半攪拌した。ホーロー容器に 18L の水を入れて攪拌し、これに反応溶液を添加した後

しばらく静置した。この再沈殿操作により析出した沈殿物を数回流水洗浄した後、アセトン1.8 Lに熱時溶解した。1.8 Lの水を用いて再び再沈殿操作を行い、結晶の流水洗浄後、目的のピバロイル化ヒドロキシプロピルセルロース（ $(\text{CH}_3)_3\text{CO}-$ ）HPCを31.0 g得た。反応原料HPCの水酸基モル数に対するピバロイル基の置換度は約70%であった。この化合物はキャストフィルムのシェアリングにより、液晶性を持つセルロース特有なテクスチャが観察された。

次にこのピバロイル化ヒドロキシプロピルセルロース 1 に対してメチルエチルケトン 9 を加え、膨潤溶解させて固形分 10 重量%の溶液とした。これに液晶性化合物として紫外線硬化型液晶性化合物の混合物（以下低分子液晶混合物という）、即ち



25 重量部および



(式において、*は直接結合していることを示す。)

75重量部の混合物を、また反応性化合物として1, 6-ヘキサンジオールジアクリレート（カヤラッドHDDA, 日本化薬社製）、光重合開始剤として1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン（チバスペシャリティーケミカルズ製イルガキュアー184）を、セルロース誘導体：液晶性化合物：反応性化

合物：光重合開始剤：メチルエチルケトンの重量比が20：80：2：4：180になるように混合して本発明の液晶性配合組成物を得た。

次にガラス板の上にポリビニルアルコールKM-11（日本合成化学製）の1%水溶液を塗布して熱風乾燥した後、ラッピング布YA-20Rを巻きつけたロールで20回ラッピングした。これに先に調製した液晶性配合組成物の溶液をパーコーターRDS-04を用いて塗布し、100℃にて1分間乾燥後100℃ホットプレート上で30秒間保持した。この後、高圧水銀灯（80W/cm）を照射して塗布面を固定化し、本発明の位相差フィルムを得た。得られた位相差フィルムの位相差値は86nmであった。次に自動複屈折計（KOBRA-21ADH、王子計測製）を用いて、この位相差フィルムの各波長における位相差値を測定し、550nmに対する位相差値と各波長での位相差値の比（波長分散特性）を求めた。結果を図1に示した。

実施例 2

ヒドロキシプロピルセルロースHPC（アルドリッチ社製、分子量100,000）5.0gを入れた反応容器内にアセトン100mlを添加し、浴温80℃にて還流溶解した。完全に溶解したのを確認した後、反応液の温度を室温まで下げ、塩化アクリロイル12.5mlを加え室温で1時間、還流下で1時間半攪拌した。その後、室温にて塩化プロピオニル5.0mlを加え30分間攪拌して、還流下1時間半攪拌した。反応内容物を水3Lにあげて再沈殿を行い、析出した結晶を水洗した。次に結晶をアセトン100mlで熱溶解した後、水3Lを用いて再沈殿操作を3回繰り返した。水をよく切った後、遮光条件下真空乾燥し、アクリロイルプロピオニル化ヒドロキシプロピルセルロース（CH₂CHCO-）（C₂H₅CO-）HPC 5.0gを得た。反応原料HPCの水酸基のモル数に対するアクリロイル基の置換度は約30%、プロピオニル基の置換度は約30%であった。この化合物はコレステリック液晶特有の選択反射を持ち、キャストフィルムをシェアリング時にコレステリック液晶性セルロース特有なテクスチャも観察された。次にこのアクリロイルプロピオニル化ヒドロキシプロピルセルロース1に対してメチルエチルケトン9を加え、

膨潤溶解させて固形分 10 重量%の溶液とした。これに液晶性化合物兼反応性化合物として実施例 1 で用いた低分子液晶混合物を添加し、さらに光重合開始剤として 1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン（チバスペシャリティーケミカルズ製イルガキュアー 184）を加え、セルロース誘導体：液晶性化合物：光重合開始剤：メチルエチルケトンの重量比が 20：80：4：180 になるように混合し、本発明の液晶性配合組成物を得た。

次にガラス板の上にポリビニルアルコール KM-11 の 1% 水溶液を塗布して熱風乾燥した後、ラビング布 YA-20R を巻きつけたロールで 50 回ラビングした。これに先に調製した液晶性配合組成物の溶液をバーコーター RDS-06 を用いて塗布し、100℃にて 1 分間乾燥後、100℃ホットプレート上で 30 秒間保持した。この後、高圧水銀灯（80W/cm）を照射して塗布面を固定化し、本発明の位相差フィルムを得た。得られた位相差フィルムの位相差値は 67 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 1 に示した。

実施例 3

実施例 1 で用いたピバロイル化ヒドロキシプロピルセルロース 7.1 重量部と、実施例 1 で用いた低分子液晶混合物を 28.6 重量部、メチルエチルケトンを 64.3 重量部用いて、乾燥後のセルロース誘導体濃度が 20 重量%になるように本発明の液晶性配合組成物の溶液を調製した。

次にガラス板の上にポリビニルアルコール KM-11 の 1% 水溶液を塗布して熱風乾燥した後、ラビング布 YA-20R で 50 回ラビングした。これに先に調製した液晶性配合組成物の溶液をバーコーター RDS-06 で塗布し、100℃にて 1 分間乾燥後、100℃ホットプレート上で 30 秒間、室温で 72 時間保持し、本発明の位相差フィルムを得た。得られた位相差フィルムの位相差値は 97 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 1 に示した。

実施例 4

実施例 1 で用いたピバロイル化ヒドロキシプロピルセルロース 8.1 重量部と、実施例 1 で用いた低分子液晶混合物を 18.9 重量部、メチルエチルケトン 73 重量部用いて、乾燥後のセルロース誘導体濃度が 30 重量%になるように本発明の液晶性配合組成物を調製した。実施例 1 と同様な方法にて測定した位相差フィルムの位相差値は 116 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 1 に示した。

実施例 5

実施例 1 で用いたピバロイル化ヒドロキシプロピルセルロース 8.7 重量部と、実施例 1 で用いた低分子液晶混合物を 13.0 重量部、メチルエチルケトン 78.3 重量部用いて、乾燥後のセルロース誘導体濃度が 40 重量%になるように本発明の液晶性配合組成物を調製した。実施例 1 と同様な方法にて測定した位相差フィルムの位相差値は 82 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 1 に示した。

実施例 6

実施例 3 で用いた本発明の位相差フィルム作製時の乾燥後の保持条件を 40℃、22 時間とした。得られた位相差フィルムの位相差値は 121 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 2 に示した。

実施例 7

実施例 3 で用いた本発明の位相差フィルム作製時の乾燥後の保持条件を 55℃、28 時間とした。得られた位相差フィルムの位相差値は 37 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 2 に示した。

実施例 8

実施例 3 で用いた本発明の位相差フィルム作製時の乾燥後の保持条件を 40℃、30 分とした。得られた位相差フィルムの位相差値は 137 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 3 に示した。

実施例 9

実施例 3 で用いた本発明の位相差フィルム作製時の乾燥後の保持条件を 40℃、6 時間とした。得られた位相差フィルムの位相差値は 101 nm であった。次に実施例 1 と同様に波長分散特性を求めた。結果を図 3 に示した。

比較例

ポリカーボネート位相差フィルム（位相差値は 140 nm）の波長分散特性を実施例 1 と同様に評価した結果を図 1 に示した。

実施例 1 ～ 5 及び比較例の各位相差フィルムの波長分散特性の比較結果より、本発明の位相差フィルムは、550 nm よりも長波長側の位相差値が 550 nm における位相差値よりも大きく、550 nm よりも短波長側の位相差値が 550 nm における位相差値よりも小さくなっており、しかも各波長に対して略等しい位相差を付与していることが分かる。また実施例 6 ～ 7 の比較結果より、本発明の位相差フィルム作製時、位相差フィルムの保持温度（配向処理温度）を変えることで波長分散特性も変化することが分かる。さらに実施例 8 ～ 9 の比較結果より、本発明の位相差フィルム作製時、位相差フィルムの保持時間を変えることで波長分散特性も変化することが分かる。

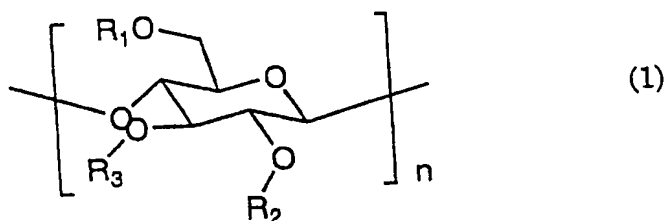
産業上の利用可能性

本発明の液晶性配合組成物は、ラビング処理された基板上で特定方向へ容易に配向させることができ、該配向を固定化することにより、可視領域の広い範囲で各波長に同程度の位相差を付与できるような波長分散特性を有する位相差フィルムを容易に得ることができる。この位相差フィルムを用いることにより、複数の位相差フィルムを積層することなしに様々な波長分散特性を有する位相差フィルムを作製できる。こうして得られた位相差フィルムは、偏光フィルムと組み合わせた円又は楕円偏光フィルム、旋光フィルムとして様々な画像表示装置に用いることができ、優れた反射防止効果やコントラスト向上効果、

複屈折補償効果等を得ることができる。

請 求 の 範 囲

1. 少なくとも1種類以上のセルロース誘導体と、少なくとも1種類以上の、前記セルロース誘導体とは別の特定方向に配向可能な液晶性化合物とを含有する液晶性配合組成物。
2. 少なくとも1種類以上のセルロース誘導体と、少なくとも1種類以上の、前記セルロース誘導体とは別の特定方向に配向可能な液晶性化合物の重量混合比が1 : 9 ~ 9 : 1の範囲である請求の範囲第1項に記載の液晶性配合組成物。
3. セルロース誘導体が下記の構造



(式(1)中、 R_1 、 R_2 および R_3 は水素原子又は置換基であり、 R_1 、 R_2 および R_3 は同じであっても異なってもよい。ただし、 R_1 、 R_2 および R_3 のすべてが水素原子ということはない。また n は10以上の整数である。)

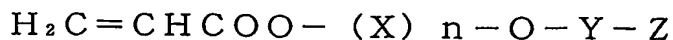
を有するものである請求の範囲第2項に記載の液晶性配合組成物。

4. 式(1)において、 R_1 、 R_2 及び R_3 の少なくとも1つはアシルオキシアルキル基及びカルバモイルオキシアルキル基からなる群から選ばれる基であり、残りは水素原子である請求の範囲第3項に記載の液晶性配合組成物。

5. 別の特定方向に配向可能な液晶性化合物が分子量1000以下の低分子液晶化合物である請求の範囲第1項~第4項に記載の液晶性配合組成物。

6. 低分子液晶化合物が(メタ)アクリレート液晶化合物である請求の範囲第5項に記載の液晶性配合組成物。

7. (メタ)アクリレート液晶化合物が下記式(2)



(式中Xはメチレン基を示し、メチル基またはフェニル基により置換されていてもよい、Yはベンゼン環及びシクロヘキサン環からなる群から選ばれる2~

4 個の環が単結合若しくは連結基により結合された 2 価の基であり、それぞれの環は独立に 1 ～ 2 個の C 1 ～ C 6 のアルキル基またはフェニル基で置換されていてもよい、Z はシアノ基、炭素数 1 ～ 8 の脂肪族基、炭素数 1 ～ 8 の脂肪族オキシ基または $-O-(X)_n-OCOCH=CH_2$ を示す)

で示されるアクリレート化合物である請求の範囲第 6 項に記載の液晶性配合組成物。

8. 請求の範囲第 1 項～第 7 項のいずれか一項に記載の配合組成物と有機溶媒とからなり、リオトロピック液晶状態を示すことを特徴とするリオトロピック液晶性配合組成物。

9. 反応性化合物および光重合開始剤を含む請求の範囲第 8 項に記載の液晶性配合組成物。

10. 反応性化合物が (メタ) アクリル化合物である請求の範囲第 8 項に記載の液晶性配合組成物。

11. 請求の範囲第 1 項～第 10 項のいずれか一項に記載の液晶性配合組成物が特定方向に配向している、該組成物から作られた位相差フィルム。

12. 波長 450 nm にて測定した位相差値 (Re 450) と波長 550 nm にて測定した位相差値 (Re 550) 及び波長 650 nm にて測定した位相差値 (Re 650) の間に、 $Re\ 450 \leq Re\ 550 \leq Re\ 650$ の関係が成立する請求の範囲第 11 項に記載の位相差フィルム。

13. ラビング処理された基板上に、請求の範囲第 1 項～第 10 項のいずれか一項に記載の液晶性配合組成物の層を形成して配向させた請求の範囲第 11 項または第 12 項に記載の位相差フィルム。

14. 液晶性配合組成物の配向が固定化されている請求の範囲第 13 項に記載の位相差フィルム。

15. 位相差が $1/4$ 波長、又は $1/2$ 波長である請求の範囲第 11 項に記載の位相差フィルム。

16. 請求の範囲第 11 項～第 15 項のいずれか一項に記載の位相差フィルムと偏光フィルムを積層した円若しくは楕円偏光フィルム又は旋光フィルム。

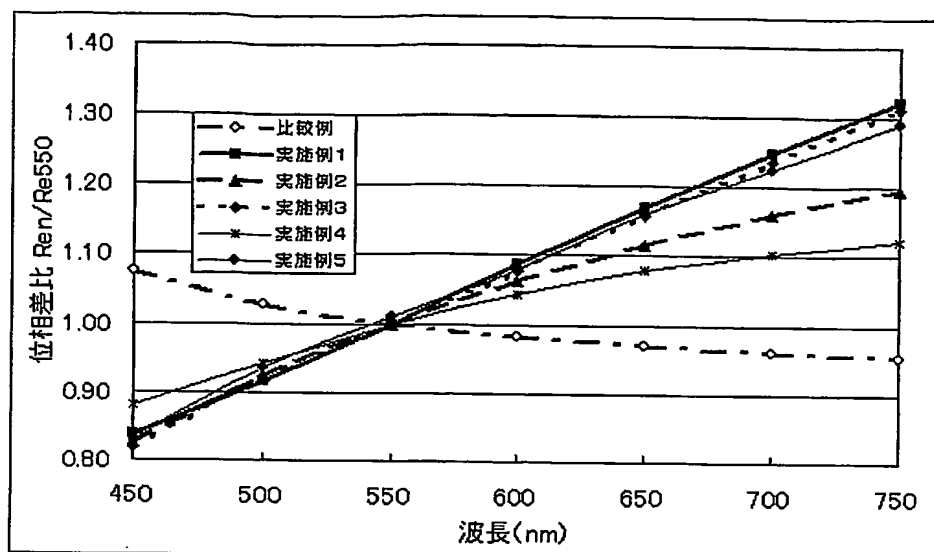
17. 請求の範囲第 11 項～第 15 項のいずれか一項に記載の位相差フィルム

又は請求の範囲第 16 項に記載の円若しくは楕円偏光フィルムを備えてなる画像表示装置。

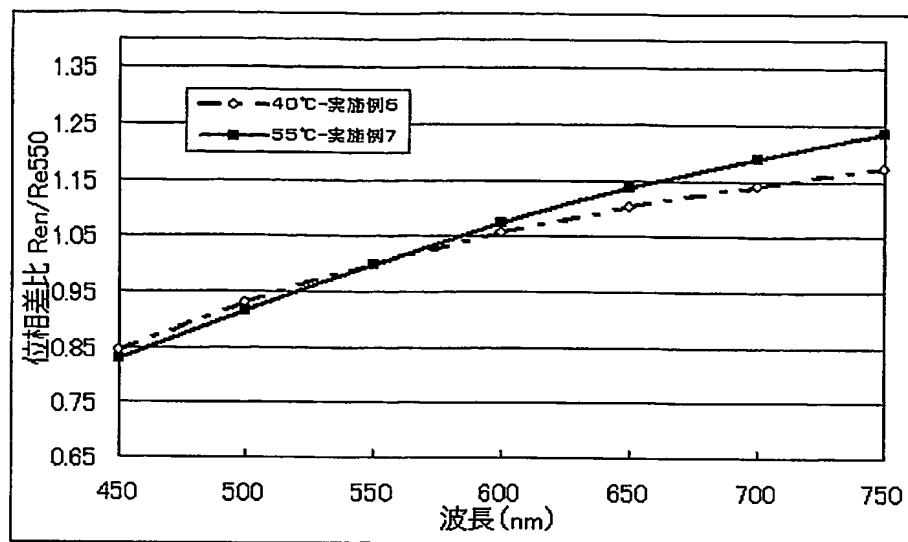
18. 請求の範囲第 1 項～第 10 項のいずれか一項に記載の液晶性配合組成物で、ラビング処理された基板の上に層を形成した後、加熱処理することを特徴とする請求の範囲第 13 項に記載の位相差フィルムの製造方法。

19. 40℃～100℃において加熱処理することにより、波長 450 nm にて測定した位相差値 (Re 450) と波長 550 nm にて測定した位相差値 (Re 550) 及び波長 650 nm にて測定した位相差値 (Re 650) の間に、 $Re\ 450 \leq Re\ 550 \leq Re\ 650$ の関係が成立する請求の範囲第 18 項に記載の位相差フィルムの製造方法。

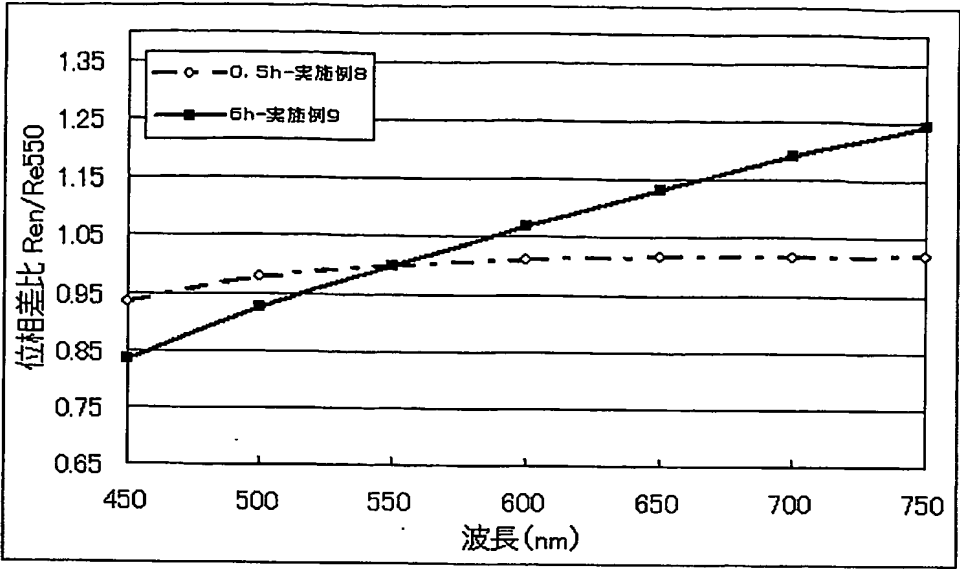
第1図



第 2 図



第 3 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.